PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

02-283710

(43) Date of publication of application: 21.11.1990

(51)Int.Cl.

C08G 12/08 C08G 18/30 C08G 18/64 C09D175/00 C09D175/00 C09K 3/10

(21)Application number : 01-328521

(71)Applicant: MITSUI TOATSU CHEM INC

(22)Date of filing:

20.12.1989

(72)Inventor: AOKI MASAAKI

KAMIYAMA MASAYUKI

ASAI SEIJI

YAMAGUCHI TERUHIRO

(30)Priority

Priority number: 63320582

Priority date : 21.12.1988

Priority country: JP

63320584

21.12.1988

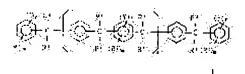
JP

(54) POLYALDIMINE DERIVATIVE

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the title derivative useful for obtaining a moisture-curable polyurethane composition of excellent storage stability by selecting a specified poly (phenylenebisalkylene)poly(phenylaldimine).

CONSTITUTION: A poly(phenylenebisalkylene)poly (pbenylenealdimine) of formula I [wherein R1-3 are each a halogen atom, H, a 1-4 C alkoxy or a 1-5 C alkyl; R4 is 11 or CH3; Y is a group of formula II (wherein R5 is a 1-4C alkyl or a group of formula III (wherein R6 is a 1-16 C alkyl, an anilino, a benzylamino or a 1-16 C alkylamino); is 1-2; m is 1-3; n is 0-300] is selected.



FEMOUR OF CRASS

TN HERM HORKER BY HOL No High Children ®日本国特許庁(JP)

⑩特許出題公開

⊕ 公開特許公報(A) 平2-283710

®int. Cl. ⁵	識別記号	庁內整理番号	60公開	平成 2年(1990)11月21日
C 08 G 12/08 18/30 18/64	NCN NDQ NER	8215-4 J 7602-4 J 7602-4 J		
C 09 D 175/00	PHÑ PHP	7602-4 J 7602-4 J		
C 09 K 3/10	D	7043-4H 寒春宿求	大諸求 !	活水源の数 25 (全23頁)

会発明の名称 ポリアルジミン誘導体

②特 顧 平1-328521

❷出 頤 平1(1989)12月20日

母昭63(1988)12月21日每日本(JP)動特額 昭63-320582

⑩昭63(1988)12月21日砂日本(JP)動特額 昭63−320584

電発 明 者 青 木 正 昭 神奈川県屋子市久木4-10-8 電発 明 者 神 山 雑 行 神奈川県横浜市栄区銀治ケ谷町669

ンG-107

砂発 明 者 山 □ 彰 宏 神奈川県鎌倉市材木座1-13-24砂出 願 人 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

電代 理 人 弁理士 最上 正太郎

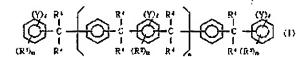
明和

発明の名称
 ポリアルジミン器導体

2. 特許請求の範囲

(i)一般式(I)、

優先権主張



(式(!)中、R・、R・及びR・は例一であっても、異なっていてもよいハロゲン原子、水 紫原子、炭素数4以下の低級アルコキシ基及が 炭素数5以下の低級アルキル構からなる詩から 避ばれた一つの低子又は基を示し、R・は水震 原子又はメチル基であり、Yは一N=C前一C - (R・)。又は一N=C前一C(で月。)。一C 日,一O(C=O)ーR・を示す。ここでR・ ほ旋素数4以下の低級アルキル基、R・は炭素 数16以下のアルキル基、アニリノ基、ベンジル

アミノ基及び従素数16以下のアルキルアミノ基 よりなる群から選ばれた一つの甚を示す。又、 1は1~2、mは1~8、nは0~300のそれ ぞれ整数を示す。)で表されるポリ(フェニレ ンピスアルギレン) ポリ (フェニルアルジミン)。 (2)R'、R'及びR'が附一であっても、異な っていてもよい水菜原子、塩菜原子、メトキシ 蒸、エトキシ蒸、メチル蒸、エチル蒸、及びイ ソプロピル基からなる群から選ばれた一つの原 子又は基であり、R・が水無額子又はメテル基 であり、Rりがメチル蓝又はエテル茲であり、 |が1~2、mか1~2、nか8~19である路 京明 | 記載のポリ(フェニレンピスアルキレン) ポリ(フェニルアルクミン)。 (3)R 4 がメチル差、エチル基、プロピル差、2 -エチルベンチル基、プチルアミノ苺及びアニ リノ基からなる鮮から選ばれた一つの基である 請求項目記載のポリ(フェニレンピスアルキレ ン)ポリ(フェニルアルジミン)。 (41R)。 R* 及びR*が同一であっても、異な

特開平2-283710(2)

っていてもよい水煮原子、塩煮原子及びメチル 基からなる群から透ばれた一つの原子又は基で あり、R*が水素原子、R*がメチル基、1が 1~2、mが1、nが8~4である積水噴1配 載のポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ (アルジミン)。

(5) R* がメテル盐、2-エチルベンチル益、フテルアミノ 基及びアニリノ 差からなる静から 選ばれた一つの基である請求項(記載のポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアルジミン)。

(0) R¹ 、 R² 及びR³ か水煮原子、R⁴ がメチル基、 i が l 、 n が 0 ~ 2 である請求項 l 起戦のポリ (フェニレンピスアルチレン) ポリ (フェニルアルジミン)。

(7) R¹、 R* 及びR* が水素原子、R⁴ がメチル基、」が1、 n かりである請求項1 記載のポリ(フェニレンピスアルキレン) ポリ(フェニルアルジミン)。

(8)一般就(I)。

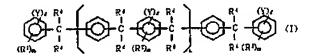
 $(NH_2), R' = \begin{pmatrix} R' & (NH_2), R' \\ C & C \\ R' & (R')_n & R' \end{pmatrix} \begin{pmatrix} (NH_2), R' \\ C & C \\ R' & (R')_n \end{pmatrix} (R')$

(式(I)中、 R^1 、 R^1 、 R^2 、 R^4 、I、m及びn は請求項 I 記載の一般式(I) において示したと同じ意味を示す。)で表される芳香 族ポリアミンと、下紀一般式(II)又は(IV)

$$O = CH - C(R^*), \qquad (II)$$

$$0 = CH - C(CH_*)_* - CH_*O$$

(式(目)及び式(E)中、R を及びR は確 求項 (記載の一数式(I)において示したと問 じ重味を示す。)で表されるアルデヒド化合物 とを反応する事による、一般式(I)



で姿されるポリ(フェニレンピスアルキレン)

がり(フェニルアルジミン)の製造方法。

(9) R*、R* 及びR* が同一であっても、異なっていてもよい水素原子、塩素原子、メトキン基、エトキシ基、メチル基、エチル基及びイソプロビル基からなる群から選ばれた一つの原子又は基であり、R* がメチル基又はエチル基であり、R* がメチル基又はエチル基であり、1が1~2、mが1~2、ロが0~10である請求項8配銀のポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアルジミン)の製造方法。

・ かメチル基、エチル基、プロビル基、 3 ・ エチルペンテル基、ブテルアミノ基及びアニ リノ基からなる群から透ばれた一つの選である 膜球項 8 配数のポリ (フェニレンビスアルキレ ン) ポリ (フェニルアルグミン) の製造力法。 ODR 、R 。 及びR 。 が同一であっても、異なっていてもよい水素原子、塩素原子、及びメチル基からなる群から選ばれた一つの原子又は基であり、R ・ が水素原子、R 。 がメチル基、 1 か1~2、mが1、nか0~4である静水項 8 記載のポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ (フェニルアルジミン)の製造方法。

脚尺 がメチル基、2-エチルベンチル基、ブ チルアミノ基及びアニリノ差からなる部から選 ばれた一つの若である時球項8記数のポリ(フ ュニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアル ジミン)の製造方法。

83R'、R® 及びR® が水煮原子、R® がメチル蒸、 1 が 1、 n か 0 ~ 2 である請求項 8 配数のポリ (フェニレンピスアルチレン) ポリ (フェニルアルジミン) の製造方法。

観R¹、R²及びR²が水素原子、R²がメチル器、1が1、nか0である間求張を記載のポリ(フェニレンピスアルギレン)ポリ(フェニルアルジ1ン)の製造方法。

19反応温度が80~ 120℃、反応時間が5~12時間、芳贄級ポリアミン(モルに対してアルデヒド化合物を1~2 モル使用する請求項8~14記載のポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアルジミン)の製造方法。

持期平2~283710(3)

録請求項 L 記載のポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアルジミン) と有機ポリイソシアナート及び/又は分子末端にイソシアナト基を育するポリウレタンプレポリマーとを含んでなる混気硬化性ポリウレタン組成物。 の請求項16記載の混気硬化性ポリウレタン組成物。

助編水県16記載の展気板化ほかりウレッン構築 物とチクソ性付与剤とを含んでなる提気硬化性 ポリウレタンコーキング材、シーリング材、鍵 材又は盤料。

(20 請求項16 記載の混気硬化性ポリウレタン組成 物と充塡剤とを含んでなる混気硬化性ポリウレ タン防水剤又は床材。

個有機ポリイソシアナートが分子末端にイソシアナトをを育する労眷族、脂肪族又は船環族の有機ポリイソシアナート、該有機ポリイソシアナートのウレタン変換品、イソシアヌレート変性品、カルボジイミド変性品又はビューレット変性品である諸求項16記載の温気硬化性ポリウレタン組成物。

四分子末端にイソシアナト幕を有するポリウレ

タンプレポリマーが芳音級、脂肪酸又は磨塊 の有機ポリイソンアナート、酸有機ポリイソン アナートのウレタン製性品、イソシアヌレート 製性品、カルボジイミド変性品及びピューレッ リエーテルポリオール類、ポリエーテルポリテト ミン類、ポリテトラエチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラエチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラエチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラはチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラはチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラはチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラはチレンエーテルポリテー ル類、ポリテトラはチレンエーテルポリテー ル類、ポリテール類、ポリエーテルポリー ル類、ポリテール類、ポリエーテルがある でしている。 のである簡求項16記載の虚象硬化性ポリウレタン としている。

(21)ポリ(フェニレンビスアルキレン)ポリ (フェニルアルジミン)が加水分解して生じる アミノ基と該有機ポリイソシアナート及び/又 は宋塩イソシアナト基を有するポリウレタンプ レポリマーのイソシアナト基のモル比が 0.7~ 1.5 である請求項16記載の遊気硬化性ポリウレ タン組成物。

(22)チクソ性付与剤がコロイダルシリカ、脂肪 触すミドワックス、ステアリン酸アルミニウム、 表面処理ベントナイト、ポリエテレン短額地、 フェノール剤脂散維よりなる群から透ばれた一 値以上のものである請求項!?配較の提気硬化性 ポリウレタンコーキング材、シーリング材、整 対又は捻科。

(28)テクソ性付与剤が選気硬化性ポリウレタン 組成物中、0.5~15度量がである請求項22記載 の選気硬化性ポリウレタンコーキング材、シー リング材、繁材又は塗料。

(24) 充城計が換散カルシウム、タルク、カオリン、致数アルミニウム、ゼオライト、経際土、ポリ塩化ビニルペーストレジン、ガラスパルーン、及び塩化ビニリデン樹間パルーンよりなる群から選ばれた一種以上のものである請求項18 記載の退気硬化性ポリウレタン防水剤又は除材。(26) 充塡剤が虚気硬化性ポリウレタン組成物中、20~60重量光である請求項24記載の湿気硬化性ポリウレタン防水剤又は除材。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本願発明は知水分解によって、ポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアミン)を生成する、ポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアミン)の新規なポリアルジミン誘導体、この誘導体の製造方法、この誘導体を含育する意気酸化性ポリウレタン組成物及びこのポリウレタン組成物の利用に関する。

該ポリ(フェニレンビスアルキレン)ポリ (フェニルアミン)を生成する該化合物のポリ アルジミン誘導体はエポキン対態及びポリウレ タン朝館の硬化剤として有用な化合物である。

本願発明は特に加水分解によるポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアミン) 及びそのポリアルジミン誘導体を生成する反応 を利用する選気硬化性ポリウレタン組成物及び 抜ポリウレタン組成物の利用に関する。

更には又、本類類別はシーリング材、糖材、 防水剤、床材、機料等の利用に関する。

特別平2-283710(4)

【従来の技術】

ポリウレタン樹脂は、ゴム弾性、耐磨競性、耐久性等の諸特性に優れていることから、防偽用強料、超修用球材、シーリング材、防水材、振着材、敷料、コーキング材として、近年特に利用されている。

これらのポリウレタン樹脂の製造独はポリウレタンプレポリマーの末端NCO基が、施工後、大気中の水分で硬化する一液型と、ポリウレタンプレポリマーを含む立刻と、ポリオール類を含む硬化剤とを、施工時高合して硬化させる二液型とに大別される。

一絃盤ポリウレタンは越工方法の簡単さから、 誰でも使用でき、姦通特に注目されるようになった。

この一波型ポリウレタンは、混気硬化性とな され、下記の方法が知られている。

(1)ポリイソシアナートの選気(水分)との反応、 即ち、イソシアナートと水との付加物の脱炭酸 ガスにより、ポリイソシアナートの一部がアミ ンとなり、生成したアミンが強りのポリイソシ アナートと反応し、硬化する反応を利用した温 気硬化性ポリウレタン組成物。

(2)ポリアルジミン或いはポリケチミンとポリイ ソシアナートとからなる選気硬化性程成物(失 国有許1064841 、ドイツ特許8607996 A)。

(3)ポリエナミンと、ポリイソシアナートとからなる、混気硬化性ポリウレタン超成物(英語特許1875666 、ドイツ等許2125247)等がある。

しかし、(I)の組成物は、密閉容器内での貯蔵 安定性は比較的良好であるが、硬化性が響しく 劣り、発泡するという欠点がある。

硬化性を改良するためにアミン触媒放いは鍋 触媒を使用することができるが、貯蔵安定性が 悪化したり、発泡が激しくなり、実用に適さな

(2)の組成物は、ポリアルジミン或いはポリケチミンが、ポリイソンアナートと反応するために、返気硬化性ポリウレタン組成物として使用する場合は、ポリアルジミン茲いはポリケチミ

ンに立体障害性を付与したり、イソシアナト基 をブロックする必要がある。

英国特許1064841 扱いはドイツ特許3807096 人で解示されている、立体障害性の付与されたポリアルジミン或いはポリケチミンは、いずれる、硬化性が適く、貯蔵安定性も悪く、実用に適さない。

特にドイツ特許3607996 Aで開示されているポリアルグミンは、芳智族アミンをベースとしたもので、機械強度等の諸物性は優れているが、硬化が遅く、高温時での貯蔵安定性に欠けるという欠点を待っている。

(3)の根成物においても、ポリニナミンがポリイソシアナートと反応するために、ポリイソシアナートとして芳香族イソシアナートを使用する場合は、ポリケチミンと関係イソシアナト巻をブロックする必要があり、ポリケチミンと関機実用に適するものではない。

一方、比較的反応性の低いポリイソシアナー ト、例えば解別級系ポリイソシアナート、 載い は體環族系ポリイソシアテートを使用する場合 は、シーリング材等に応用できることが知られ ており、無憂地性でかつ速硬化という特徴を指 っている。

しかし、ポリエナミンは、極めて除々にではあるが、脂肪炭系ポリイソシアナート或いは脂 環象系ポリイソシアナートと反応するために、 長期或いは常盈より若干高い温度では、容器密 間内においても貯蔵安定性が悪い。

また初期物性が保持されないか、説いは増結 が載しく、作業性が萎しく悪化する等の欠点を 持つ等、従来の公知技術では、いずれも満足で きるものではなかった。

(発明が解拠しようとする課題)

上記の様な、色々の問題点を克服すること、 即ち密閉容器内における貯滅安定性が良好であ り、初期機械強度が優れており、かつ高温貯蔵 における初期物性の保持耶が高く、ゲル化等が 起こらない事。更に、粘度安定性が良好であり、 かつ大気中の農気による硬化が遠く、発泡を伴

特開平2-283710(5)

わないこと等は、この付ポリウレタンにおいて、 係めて重要な性能であり、その良否は非過にお ける機品価値を決定する。

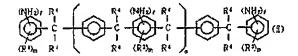
また密閉容器内における貯蔵安定性が高いこと、言い換えると、一定粘度のまま、長期間貯蔵する事ができ、かつ選集下において硬化が速く、発泡しない機械強度の優れた混気硬化性ポリウレタン組成物が強く望まれている。

(課題を解決するための手段)

本類発明者らは、上記の問題点について、税 地研究した結果、加水分解によって、ポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアミン) を生成する新規なポリアルジミン諸導体を 開発することができ、本発明に報送した。

本願発明におけるポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアミン) のポリアルジミン誘導体を使用することによって電気硬化性ポリウレタン組成物の貯蔵安定性を改良し、又硬化物の機械的強度を向上せしめる設定収物の製造に使用される。かくしてみたポリウレタン

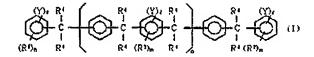
ぞれ整数を示す。) で扱されるポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアルジミン)。 2.一般式 (II)、



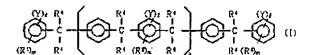
(式(Ⅱ)中、R*、R*、R*、し、m及びのは関記!預記載の一般式(()において示したと同じ意味を示す。)で表される芳香 後ポリアミンと、下記一般式(Ⅱ)又は(Ⅳ)

$$Q = CH - C (CH_{*})_{*} - CH_{*} - Q - (IV)$$

(式 (肛)及び式 (型) 中、R*及びR* は前 記 | 項記載の一般式 (I) において示したと同 じ歌珠を示す。) で表されるアルデヒド化合物 とを反応することによる、一般式 (I) 組成物は種々の用途に展開することが可能となった。すなわち、本発明は次の通りである。 1.一般式(1)、



(式(1)中、R*、R*及びR*は同一であっても、民なっていてもよいハロゲン原子、水 素原子、皮素数4以下の低級アルコキシ替及 炭清数5以下の低級アルキル基からなる時から 遠ばれた一つの原子又は基を示し、R*は水子 原子又はメチル基であり、Yは「N=CH-CCH」」 にH*の(C=O)「R*を示す。ここには を対する以下の低級アルキル基、R*はシント は炭清数4以下の低級アルキル基、R*なシント は炭清数4以下の低級アルキルを、R*なシント は炭清数4以下の低級アルキルを、R*なシント は炭清数4以下の低級アルキルを、R*なシント は炭清数4以下のでがある。 は炭清数16以下のアルキルアミノ よりなる静から選ばれた一つの基を示す。又、 は1~2、mは1~3、nは0~300 のそれ



で表されるポリ(フェニレンピスアルキレン) ポリ(フェニルアルジミン)の製造方法。 3. 腺説1項記載のポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアルジミン)と容貌ポリイソシアナート及び/又は分予未避にイソシアナート及び/又は分予未避にイソシアナト基を育するポリウレタンプレポリマーとを含んでなる温気硬化性ポリウレタン組取物。 4. 前記3項記載の混気硬化性ポリウレタン組成物を 物とチクツ性付与剤とを含んでなる湿気硬化性ポリウレタンコーキング材、シーリング材、整材又は壁料。

5. 前記3項記載の配気硬化性ポリウレタン組成物と充壌剤とを含んでなる温気硬化性ポリウレタン防水剤又は床材。

次に本願発明を更に具体的に説明する。 本願強明のポリアルジミン誘導体の製造に用

持開平2-283710(合)

いられるボリ (フェニレンピスアルキレン) ポ リ (フェニルアミン) は一般式 (V) で扱され る労働級ポリアミンと、

(式 (V) 中、RはR¹、R*、R*を示し、 又的記一般式 (I) におけるR¹、R*、R*、1 及びmと同じ意味を表す。)

一般地(切)

(式(切)中、R*は該配一般式(1)におけると同じ意味を表し、Qは塩素原子又はOH整を表す。)で設されるフェニレンピス(アルキルクロライド)又は、フェニレンピス(アルキルアルコール)と反応することによって製造し得る。これらの化合物の製法は特別平1-122828

合はポリ報合物が 0 ~20モル%、a が3の場合はポリ報合物が 0 ~50モル%及びより高度のポリ精合物類を含む進合物である。

かくして得られた越合物は上記の混合他よりなるポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ (フェニルアミン)であり、本発明のポリアルジミン誘導体の製造のために、その成分を分別することなく、法一3 (後出)の場合におけるALD-1~ALD-5 として使用される。

一般式 (V) の具体的化合物としては、アニリン、ロートルイジン、mートルイジン、pートルイジン、の一エチルアニリン、ローイソプロビルアニリン、ローロープロビルアニリン、ロー t e r t ープチルアニリン、ロー t e r t ープチルアニリン、ローコチルアニリン、ロー s e c ープチルアニリン、2、8ーキンリジン、3、4ーキンリジン、3、5ーキシリジン、2・4ーキンリジン、3、5ーキシリジン、2・4ーイソプロビルアニリン、2・メチルー4ーイソプロビルアニ

及び特別昭62-155242 に示されている。

塩化水素又は水の除去による総合度吃が過期の芳香炭ポリアミンの使用によって行われる場合は、基本的には、生成物は1をルのフェニレンピス(アルキルハライド)と、2をルの芳香炭ポリアミンの結合物である。叩ち、前配一般式(I)におけるnが0の縮合物である。かくして得られた総合物は再結晶法又は核圧蒸溜法で精製される。得られた純粋の総合物は表一3(後世)のALD-6~ALD-9の場合における本願強明のポリアルジミン誘導体の契盗に用いられる。

芳書独ポリアミンの量が少ない時は、上記絵合物が更に他のフェニレンピス〈アルキルハライド〉又はフェニレンピス〈アルキルアルコール〉の分子と反応して、ポリ総合物を生成する。かくして得られた反応生成物は、上配一般式(Ⅱ)におけるnが0の場合の化合物、例えば、上記総合物が25~ 100モルがであり、nが1の場合はポリ総合物が0~50モルが、nが2の場合はポリ総合物が0~50モルが、nが2の場合はポリ総合物が0~50モルが、nが2の場合

リン、 2. B - ジエチルアニリン、 2 - エチル ~5~tert-ブチルアニリン、2, 4~ジ イソプロピルアニリン、2、4,8ートリメチ ルアニリン、4ークロロアニリン、4ープロモ アニリン、4-フルオロアニリン、3-クロロ アニリン、3~ブロモアニリン、3,4~ジク ロロアニリン、3~クロローゥートルイジン、 3-クロローロートルイジン、2, 6-ジメチ ルー4ークロロアニリン、S-メトキシアニリ ン、4-メトキシアニリン、2-イソプロポキ シアニリン、2, 4ージメトキシアニリン、0 ーフェニレンジアミン、ローフェニレンジアミ ン、pーフェニレンジアミン、2, 4ージアミ ノトルエン、2, 8-ジアミノトルエン、2. 4-ジアミノエチ ルペンゼン、2、8-ジア ミノエチルペンゼン、2. 4-ジアミノイソブ ロピルペンゼン、2, 4ージアミノーもeェキ ープテルペンゼン、2、8ージアミノーしeェ tープチルベンゼン、2. 4ージアミノーl, 3ージメチルベンゼン、1、1ージメチル・4

特別平2-283710(ア)

ーアミノインダン、1, ミージメチルー4, 8 ージアミノインダン姿を挙げることができる。 ぬ、好適な化合物は、アニリン、トルイジン類、 キシリジン類、及びジアミン類であり、特に好 適なものはアニリンである。本願発明で使用さ れる一般式(虹)で表されるフェニレンビス (アルキルアルコール)、フェニレンビス(ア ルキルハライド) の例は裁一1の通りであり、 好ましい化合物はロージ (2-ヒドロキシイソ プロビル) ベンゼン及びローキシレンジクロラ イドである。

l l	CH ₂ CH ₃ CH ₃	m - ジ(2 - 七 ドゥキシイソ プロビル)ペンゼン
2	CH ₃ CH ₃ CH ₃ CH ₃ CH ₃	p - ジ (2 - ヒドロキシイフ プロビル) ベンゼン
3	стен - С	mーキシリレンジクロライド
4	C1 -CH2-C1	p-キシリレンジクロライド

一般式(頁)で表されるポリ(フェニレンビ スアルキレン)ポリ(フェニルアミン)の代表 例はポリ(フェニレンビスメチレン)ポリアニ リン(以下、AAP-1で示す)、ポリ(フェ ユレンピスメチレン) ポリ (3ーアミノー4ー メチルアニリン(以下、AAP-2で示す)、 ポリ(フェニレンピスメチレン)ポリ(4~ク ロロアニリン)(以下、AAP-Sで示す)及 び、4、4′ - ()、8-フェニレンピス() - メチルエチリデン)) ピスアニリン(以下、 AAP-4で示す) である。

上記代表列は表-2に示す。

特間平2-283710(B)

表-2 芳香族ポリアミン

		穷 容	族ポ	9 7	Ę	ン				-
385.	構造単位	分子盘	联化点(口).	n=0	n=1	n=2	n=3	n = 4	וט	1
GAP-1	← Cas ← Cals →	960	68	28 mol %	16.8	10.5	7.8	36. 9	i	1
MP-2	CH: M 2 ← ○ CH: → CH: → ×	550	46	44.7 ao1%	29.7	14.6	n≧3 11.2	-	1	2
₩P-3		1150	78	-	- .	-	•	-	1	1
AAP-4	CH4 CH4	344	融点112 ℃	100 mol%	ı	1	-	-]	l

淡三井石山化学社型品 8ISAYILING -11 😵

ポリ (フェニレンピスアルキシン) ポリ (フェニルアミン) 例えば、一般式 (I) で示される、ポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアルジミン) (以下、AしDで示す) は、上記一般式 (II) で示される、ポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアミン) と、一般式 (II) 又は (IV) で示されるアルデヒドと反応して得ることができる。

$$O = CH - C(R^*),$$
 (II)
 $O = CH - C(CH_1), -CH_1 - O - CO - R^*$ (IV)

本発明に使用される、上記の(11) 及び(17) の具体的化合物としては、トリメチルアセトアルデヒド、トリプロピルアセトアルデヒド、3-ヒドロキシー2、2-ジメチルプロパナール1 モルとフェニルイソシアナート 1 モルの付加物、3-ヒドロキシープチルイソシアナート 1 モル又はペンジルイソンアナート 1 モルの付物物、3-ヒドロキシー

2. 2 - ジメチルプロパナール 1 モルと2 - エ チルヘキサン酸 1 モルの結合物、3 - ヒドロキ シ- 2. 2 - ジメチルプロパナール 1 モルと酢 酸、プロピオン酸又は酢酸各 1 モルの総合物等 がある。

本範明のポリ(フェニレンビスアルキレン) ポリ(フェニルアルジミン)(1)は上記のポ リ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニ ルアミン)(II)と上記のアルデヒド(II)又 は(IV)とを、トルエンまたはキシレン等の溶 期を用いて、酸粒菓下にて、共沸による競水反 応(トルエンの場合は80~ 120℃、キシレンの 場合は 120~ 160℃)を行い、水筋分離器内へ、 水分の留出が停止するまで、反応を統行すれば、 脚記の一般式(1)で置されるポリアルジミン 誘導体が得られる。

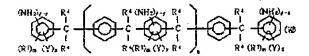
上記のポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアミン) と、上記のアルデヒド化合物との割合は、ポリ (フェニレンピスアルヤレン) ポリ (フェニルアミン) のアミン1 当登

特問平2-283710(9)

に対して、アルデヒド化合物のアルデヒドが1 ~2当最である。

得られた統合物のポリ (フェニレンピスアルキレン) ポリ (フェニルアルジミン) は、一般式 (1) で表されるか、この他にも、下記の一般式 (項) で示される様に、朱反応のアミノ 芸を奔つポリ (フェニレンピスアルギレン) ポリ (フェニルアルジミン) でもよく、一般式 (1) に限定されるものではなく、上記の一般式 (1) で示される 2 種以上の化合物の混合組成物であってもよい。

(1)に示したと同じ意味を数す。) 芳香族アミンとアルデヒドとを稿合し、ポリ (フェニレンピスアルキレン)ポリ (フェニル アルジミン) (ALD)を製造する際に、本発 明に適した組み合わせの例は表っるの適りであ る。



(式中、x、y、zは0から2で、1>x、 l>y、1>zかつ、x+y+z> yと なる整数である。又、R'、R'、R'、 R'、Y、1、m及びnは、前記一般式

長-3-1 各世方音技ポリアルジミン誘導性の合成

#WH	ポリア	芳香族ポリアミン		アルデと	ķ.	胜	IX.	ボリアルジ	きン語の	*	
343000	がは	物造单位	(m))	an as	(bof)	经额	미	宝保边单位	アミン治量 (皆量/JOIg)	分子类	外級
į.	ALD-1	 	(0.67t)	31£ CEI	79 (C, 872)	经数	az	(-(-(-)-a)- +-3-(a)- +-3-(a)-	0.128	1400	福色
2	ALE-2		5¢ (0. 671)	6 ¹ L* C14*-C-HXX L1 E14*	112 (0. 872)	點上	0.2	a, na-cesi. ←	0.535	1300	田俊
3	ALD-3	$\leftarrow \bigcirc \bigcirc$	(133 (0. 671)	चा- च-्-्-दश ज	79 (0.872)	配	a 2	el () - 014-	Œ 413	1503	据 色 菌 体
4	ND-1	~. (-0)-α,-(()-α,→.	(0. 571)	©400000+€00 00.	!#3 (0.738)	ほと	0.2	#G{3.m6-{○} +-(○-G'(○)-31.4+	0.246	2000	部移电 器 迄
ទ	ALD-5	5 Nr. ← ○ OR. ← ○ - O2. → -	(116 (0. 671)	2:23-22:2-C	179 (0, 732)	向上	0.2	+	0.214	2290	福包
б	ald-6	HAN CHAN CIA CIA	172 1. 0	ar ar	:03 (1, 25)	阳上	0.2		0.417	420	接色

特周平2-283710 (10)

78-1-2 (20年)

	ポリア	分が抜ポリアミン		TRFE	k	燥	嬔	ポリアル:	ソミン紡	# #	
类型的	ポリア ルグミ ン結算 体	構造學位	(me()	和類	ع (ها)	735AF	며	主体会學位	アミン当盛 (当盛/100g)	分7 低	外観
7	.UJ-?	Han Critic Criti	172 (1.0)	다. (교 - 113 	(8) (1, 25)	±\$12			0.353	570	报 色 图 #
8	8년14	ares O to Colp Colp O to Colp	172 (3.0)	& ⊙ 19992-{-80 61,	24S . (1.1)	吊上	0.2	G. G	0.241	833	极皂
9	0-ئ لة	r# (○)-c' (○)-c' (○)×**	172 (1.0)	68. G. G. G. G	200 (1.17)	타	0.2	C. C	122	â80	接色

即ち、ALD-1は袋-2に示されたポリ (フェニレンビスメチレン) ポリ(フェニルア ミン) (AAP~1)とトリメチルアセトアル デヒドを機敢放展下で反応させて得たポリ(フ ェニレンピスメチレン》ポリ (フェニル (トリ メチル) アルジミン) である。

ALD-2はポリ (フェニレンピスメチレン) ポリ (3ーアミノーイーメチルアニリン) (A AP-2)とトリエチルアセトアルデヒドを競 酸触媒下で反応させて得たポリ(フェニレンビ スメチレン) ポリ(トリル(トリエチルメチル) 'アルジミン〉である。

ーポリ(4~クロロアニリン)(AAP-3) とトリメチルアセトアルダヒドを塩酸酸煤下で 反応させて得たポリ(フェニレンビスメチレン) ポリ (4ークロロフェニル (トリメチルメチル) アルジミン) である。

ALD-4はポリ(フェニレンピスメチレン) ポリ(フェニルアミン)(AAP-1)と3ヒドロキシー2.2-ジメチルプロパナールと フェニルイソンアナートの導モル付加物である アルデヒドを蟻酸の存在下で反応させて得たポ り(フェニシンピスメチシン)ポリ(フェニル {ジメチル (フェニルアミノカルボキシメチル) メチル) アルジミン) である。

ALD-5はポリ (フェニレンピスメチレン) ポリ (フェニルアミン) (AAP-1) と8-ヒドロキシー2、2-ジメトキシブロパナール と2-エチルヘキサン酸の等モル付加物である アルデヒドを鐵酸無線の存在下で反応させて得 たポリ (フェニレンピスメチレン) ポリ (フェ ALD-3はポリ(フェニレンピスメチレン) ニル(ジメチル(2-エデルヘキサノイルオキ シ) メチルトアルジミントである。

> また、ALD-6は4. 4'-(1, 3-7 ェニレンピス (1-メテルエチリデン)) ビス アニリンとトリメチルアセトアルデヒドとを、 銭酸放縦下で反応させて得た、4.4'~〔1. 3-フェニレンピス(1-メチルエチリデン)} ーピス (フェニル (トリメデルメデル) アルジ

特間平2-283710(11)

ミン)、即ち一つのポリアルジミン誘揮体である。

ALD-74, 4, 4" - (!, 8-7x= レンビス (リーメチルエチリデン)) ビスアニ リンとトリエテルアセトアルデヒドとを、鉄段 **娘媒下で反応させて得た。4.4° - (1.8** -フェニレンピス(! - メチルエチリデン)) - ビス (フェニル (トリエチルメチル) アルジ ミン)、即ち一つのポリアルジミン誘導体であ る。ALD-8は4、4* - (1,3-フェニ レンピス(1~メチルエチリデン)】 ビスアニ リンと、3ーヒドロキシーで、2ージメチルブ ロバナール1でルとフェニルイソシアナート! モルと、付加して得られたアルデヒドとを、熾 敵絶媒下で反応させて得た、4,4'-{]. 3-フェニレンピス(1-メチルエチリデン)) - ピス(フェニル (ジメチル (フェニルアミノ カルポキシメチル) メケル} アルジミン) 、即 ち一つのポリアルジミン誘導体である。

ALD-94. 4. 4' - (1, 3-7x=

レンビス(1-メチルエチリデン)) ビスマニリンと、3-ヒドロキシー2,2-ジメチルプロパナール1モルと2-エチルヘギサン酸!モルと総合させて待られたアルデヒドとを、蝮酸触媒下で反応させて得た4.4'-(1.3-ジェニレンビス(1-メチルエチリデン))ービス(フェニル (ジメチル (2-エチルヘギサノイルオヤシ) メチル アルジミン3、即ちーつのポリアルジミン誘導体である。

本税明の混気硬化性ポリウレタン超成物の製造に使用する有識ポリインシアナートとしては、(1)トリレンジイソシアナート(異性体の各種経合物を含む)、ジフェニルメタンジイソシアナート(異性体の各種混合物を含む)、3、3、一ジメチルー4、4、一ジェニレンジイソシアナート、ナフ・レンジインシアナート、ナフ・レンジインシアナート、プシクロペキシルメタンー4、4、一ジイソシアナート、イフホロンジィソシアナート、イフホロンジィソシアナート、イフ・ジイソシアナート、イフ・ロンジィソシ

アナート、ヘキサメチレンジイソシアナート、 水帯化キシジレンジイソシアナート、1、4ー シクロヘキシルジイソシアナート、1ーメチル ~2、4ージイソシアナトシクロヘキサン、2、 4、4~トリメチルー1、6ージイソシアナト ヘキサン、等のジイソシアナート、

2) 4. 4', 4" - トリフェニルメタントリインシアナート、トリス(4 - フェニルイソシアナト)チオフォスフェート、零のトリイソシアナート、

3) 前記イソシアナート類のウレタン化変性品、イソシアヌレート化変性品、カルボジイミド化 変性品、ピューレット化変性品、根契トリレン ジインシアナート、ボリメチレンボリフェニル ポリイソシアナート、等の多官能性インシアナートである。

本発明において使用される、イソシアナト芸 を末端落とするプレポリマーとは、上端各種育 機ポリインシアナート化合物と、公知のポリオ ール、公知のポリアミン等、一分子中に, 二個 以上の透性水素を持つ、公知の化合物とを、公 知の方法で、遊離イソシアナト基を残存するように反応せしめたものである。

即ち、有機ポリイソシアナートと、活性水素を持つ公知の化合物とを、 190℃にて被時間度 応させて軽迫する。

そのイソシアナト基合有益は、0.5 ~20.0至量分が併ましい。

ここに用いる、一分子中に2個以上の活性水 素を持つ、公知の化合物とは、ヒドロキシル を2 翻以上、成いはアミノ基を1 個以上、或い はメルカプト基を2個以上、 減いはヒドロセド ル基とアミノ基を育する化合物、 減いはヒドロ キシル 基とメルカプト 蓋を育する化合物で で、例えば、水、エチレングリコール、プロー ルプリコール、グリセロール、トリメチロー ルプリコール、グリセロール、ファン ール、既徳等の各価アルコール或いは、アニリー ン、トリレンジアミン、 p, p* ージアミノー ジフェニルメタン、 等の芳善族アミン、エチレ

預期平2-283710 (12)

ンジアミン、エタノールアミン、ジエタノール アミン、等の脂肪酸アミン或いはアルカノール アミン及びこれら前距の1分子中に2個以上の 活性水素を持つ化合物取いはこれら化合物の混 合物にプロピレンオキシド又はプロピレンオキ シドとエチレンオキシドを付加重合して得たポ リエーテルポリオール類、顔記ポリエーテルボ リオール類のヒドロキシル基をアミノ基に変換 して得られるポリエーテルポリアミン類、ポリ テトラエチレンエーテルポリオール類、ポリカ ーポネートポリオール類、ポリカプロラクトン ポリオール類、ポリエチレンアグペートのよう なポリエステルボリオール類、ポリブタジエン ポリオール類、ヒマシ曲のような高級脂肪酸の エステル類、ポリエーテルポリオール又はポリ エステルポリオールにピニルモノマーをグラフ トして得たポリマーポリオール類、1分子中に 1 個以上の活性水素を持つ公知のエチレン性不 総和単量体を装置合して得られる化合物、メル カプト差を有するエーテル頭である。

本範明の虚気硬化性ポリウレタン組成物は、本発明の上記有機ポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアルジミン)と、上記イソシアナトネ磁プレポリマーからなり、ポリ(フェニルアルジェレンピスアルキレン)ポリ(フェニルアルジミン)が加水分解して生ずるポリ(フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニルア・シン・アミノ番の数と脊機ポリイソシアナート及びノスは、イソシアナト巻との比が、 0.7~ 1.5となる割合に混合して得られる。

本義明の選鼠硬化性ポリウレタン組成物は、 例えば、車両用等のコーキング材、シーリング 材、壁材、防水材、床材、塗料、接着剤として 有用に用いられる。

本発明の選気硬化性ポリウレタン超成物は、 用途に応じて、粘度、衝階物性、耐性を網節す るために下記の充填刻、チクソ佐付与剤、可収 剤、解剤、接着付与剤、蓄色剤、安定剤等を患

合して使用される。 本発明のコーギング村、シーリング材、想材、 登料は、 本発明の上記ポリ (フェニレンピスアルギレン) ポリ (フェニル アルジミン) と、上記の有機ポリイソシアナー ト及び/又は、イソシアナト港末端ブレポリマーからなる組成物、上記の混気硬化性ポリウレ タン組成物に、 選にチクソ性付与剤を加えることによりみられる。

本発明の防水材、床材は本発明の上記ポリ (フェニレンピスアルキレン)ポリ(フェニル アルジミン)と、上配の有機ポリイソシアナー ト及び/又はイソシアナト基末機プレポリマー からなる組成物、上配の磁気観化性ポリウレダン超域物に、更に下配の充填剤を加えることに より得られる。

チクソ性付与剤としては、コロイダルシリカ、 関防酸アミドワックス、ステアリン酸アルミ、 表面処理ベントナイト、ポリエチレン短線機、 フェノール荷脂短線維等があり、配合物中0.2 ~15重量%、安ましくは0.5~10重量%、特に 好ましくは、 0.5~8 重量%の範囲で使用する。 充填剤には、例えば炭酸カルシウム、タルク、 カオリン、硫酸アルミニウム、ゼオライト、硅 廃土、塩化ビニルペーストレジン、ガラスバル ーン、塩化ビニリデン樹脂バルーン等があり、 材脂に最大60重量%、好ましくは20~60重量%、 特に好ましくは25~50重量%の範囲で使用する。

可塑剤には、例えばジオクチルフタレート、 ジブチルフタレート、ジラウリルフタレート、 ブチルベンジルフタレート、ジオクチルフタレート、 ジイソデンルアジペート、トリオクチル ホスペート等があり、制脂に最大50重量%、 好ましくは5~40重量%、特に好ましくは8~30 重量%の磁阻で使用する。

部割には、例えばトルエン、キシレン等の労 ・ 一き炭炭化水素、ヘキサン、ヘブタン、オクタン 等の脂肪級炭化水素の他ガソリンから灯油程分 にいたる石油系溶剤類、酢酸エチル、酢酸ブチ ル等のエステル類、アセトン、メチルエチルケ トン、メチルイソプチルケトン等のケトン類、

持周平2-283710 (13)

セロソルブアセテート、ブチルセロソルブアセテート等のエーテルエステル類等があり、樹脂に最大50貫益%、好ましくは0~40重量%、特に好ましくは6~80重量%の範囲で使用する。

接着付年剤として、シランカップラー等、着 色剤として、カーボンプラック、チタンポワイ ト等、安定剤として、ヒンダードフェノール系 化合物、トリアゾール系化合物等を使用する。

本発明を実施するには、光規制、可塑剤、チクツ性行与剤、その他の助料等必要な添加物をプラネタリーミキサー又はディブルバー等の混合概を用いて選件混合した後、有機ポリイソンアナート及び/又はイソシアナト基末地プレポリマー及びポリ〈フェニレンピスアルキレン〉ポリ〈フェニルアルジミン〉を加えて充分混合する。

各種添加剤の水分含質器が高い時は、予め脱水を確すか、又はゼオライト等の脱水剤を添加する公費がある。

得られた混気硬化性ポリウレタン組成物は窒

楽泉流中にて密閉缶に詰めて貯蔵する。

本発明において、新規物質のポリ (フェニレンと不能ポリイソシアナート及び/又はイソシアナート及び/又はイソシアナト 表 なる 型気 硬化性ポリウレ タン組成物は、密閉容器 内で 型気 中の水 かと 逃断 き 温より 高いる 最度 において 保存 で も 物質 保管 率は 高く、 粘度 安定性 も 良 好 とな り、 一旦 間 ま し、 従来の 湿 気 硬 化性 ボリウレタン と は 異なり、 無 発 他 の 強 は 的 か せ の 優 は か し ケン が 愛 を 得 る こと か で き る。

(実施例)

以下に、本発明のポリ(フェニレンビスアル キレン)ポリ(フェニルアルジミン)、その鍵 適方法、この化合物を用いた温気硬化性ポリウ レタン根成物、並びにそれ時を使用した用途に ついて、実施例で具体的に設明する。

実施例は

拇件線、温度計、滴下コート及び水分分離器 を装着した反応容器に表 - 2 に示されたポリ (フェニレンピスメチレン)ポリ(フェニルア ミン)(AAP-1)115g(0.671 当量)、戦 酸 0.2cc及びトルエン116gを接入し、窒素気流 下で窒息にて混合した。

10分後、滴下ロートよりトリメチルアセトア ルデヒド79g (0.872 当量) を30分間で終下した。

内温が23℃から35℃まで昇高した。外温を ! 10℃に設定し、48分間で内温を 199℃まで昇温 させた。

発退後30分経過したところで、水分分離器内 に水の分離留出が認められた。

続いて、外級を 120℃に設定し、 6 時間反応 を続けた。内温は 118℃まで昇温した。留去し た水は12.5gであった。

次に反応波をエバポレーターに移渡し、外退 を85℃に設定した。続いて、真空ポンプで9 ma おまで減圧し、トルエン及び未反応トリメチルアセトアルデヒドを留去した。所要時間は2時間であった。智芸後得られた反応物、ポリ(フェニレンピスメチレン)ポリ(フェニル(トリメチル)アルジミン】(ALD-1)は153gであった。

また得られた反応物の多外吸収スペクトルを 調定した結果、1850cm⁻¹に-N=CH-の特性 吸収スペクトルを認めた。(図-1参照)

このALD-1のアミン当盟(過塩素酸・水 耐酸法)は 0,439当量/(100g)であり、変退に で褐色関体であった。

実施例 2

10分後、滴でロートよりトリエチルアセトア

特開平2-283710(14)

ルデヒド112g(0.872 高量) を30分間で胸下した。内温が23℃から45℃まで昇出した。外温を110℃に設定し、 340分間で内温を 109℃まで昇温させた。昇温後30分経過したところで水分分離器内に水の分離留出が認められた。

継いて、外温を 122℃に放定し、8 時間反応 を続けた。内温は 120℃まで昇退した。報会し た永は11.08であった。

次に反応数をエバポレーターに移殺し、外温を95℃に設定した。続いて、真空ポンプで4mm Hgまで破距し、トルエン及び未反応トリエテルアセトアルデヒドを留去した。所製時間は3時間であった。留去後得られた反応物、ポリ(フェニレンビスメチレン)ポリ(トリル(トリエチルメチル)ーアルジミン)(ALD-2)は115gであった。

また傍られた反応物の奈外吸収スペクトルを 測定した結果、1650cm^{**}に-N=CH-の特性 吸収スペクトルを認めた。

このALD~2のアミン当量(過度素酸-水酢

散法) は0.585 当量/(100g)であり、窓場にて 階格色関体であった。

实施到 9

精拌機、温度計、適下ロート及び、水分分離 転を披奪した反応容器に、表 - 2 に示されたポリ(フェニレンピスメチレン) ポリ(4 - クロ ロアニリン) (AAP - 3) 133g(0.871当量)、 機酸 0.2cc及びトルエン133gを後入し望紫気流 下で室弧にて混合した。

10分後、滴下ロートよりトリメチルアセトアルデヒド79g(9.872当量)を30分間で続下した。 内温か23℃から45℃まで昇退した。外温を 110 でに設定し、 840分間で内温を 169℃まで昇退 させた。昇温後30分経過したところで水分分離 続内に水の分離留出か認められた。

せいて、外温を 122でに改定し、8 時間反応 を続けた。内益は 120でまで昇退した。留去し た水は11.7gであった。次に反応改モエバポレ ーターに移放し、外温を85℃に設定した。

続いて、真室ポンプで 6 amilgまで減圧し、ト

ルエン及び米反応トリメチルアセトアルデヒド を割出した。所姿時間は3時間であった。

留去後得られた反応物、ポリ〈フェニレンピスメチレン〉ポリ〔4ークロロフェニル〈トリメチルメゲル〉アルジミン〕(ALD-3)は153 gであった。

また得られた技応物の赤外吸収スペクトルを 加定した結果、1050cm*(に-N=CH-の特性 吸収スペクトルを認めた。

このALD-3のアミン当量は、0.418 当量 /(100g)であり、室温にて機色固体であった。 実施例4

提辞機、温度計、海下コート及び、水分分離 郡を装着した反応容器に、表 - 2 に示されたポリ (フェニレンピスメチレン)ポリ (フェニルアミン) (AAP-I) 116g (0,671 当長)、 城酸0.2cc 及び、トルエン116gを装入し変密気 流下で窒温にて退合した。

10分後、3ーヒドロキシー2、2ージメチル プロパナール(1モル)と、フェニルイソシア ナート(1モル)とを、付加して得たアルデヒド163g(0.788 当重)を摘下ロートより30分間で消下した。内温が23℃から85℃まで昇温した。外温を(10℃に設定し、30分間で内温を 199℃まで昇温させた。昇温後30分経過したところで水分分離器内に水の分離部出が認められた。

続いて、外温を 122℃に設定し、 8 時間反応 を続けた。内温は 120℃まで昇退した。留宝し た水は11.2gであった。

次に反応数をエバポレーターに移放し、外温 を95℃に設定した。続いて真空ポンプで4 mmHs まで禁圧し、トルエンを留出した。所要時間は 2 時間であった。

組去後得られた反応物、ポリ〈フェニレンピスメチレン〉ポリ(フェニル{ジメチル〈フェニルTミノカルポチンメチル〉メチル}アルジミン)(ALD-4)は275gであった。

また得られた反応物のお外吸収スペクトルを 加定した結果、1650cm⁻¹に一N=CH-の特性 吸収スペクトルを認めた。

特開平2-283710(15)

このALD-4のアミン当量は0.245 当量/(100g)であり、資源にて赤褐色固体であった。 実施約5

現存機、温度計、滴下ロート及び、水分分離器を装着した反応容器に、変ー2に示されたポリ(フェニレンピスメチレン)ポリ(フェニルアミン)(AAP-1)116g(0.671 当量)、 域酸0.2 cc及びトルエンII6gを扱入し窓蒸気 速下で窓間に混合した。

10分後、8-ヒドロシギー2,2-ジメチルプロパナール(1モル)と、2-エチルヘキサン酸(1モル)と結合して得た、アルヂヒド179g(0.785 当最)を高下ロートより30分間で数下した。

内温が23でから40でまで再回した。外退を 1 10でに数定し、40分間で内退を 109でまで昇退 させた。昇温後30分経過したところで水分分類 経内に水の分離留掛が認められた。

税いて、外組を 122℃に設定し、 8 時間反応 を続けた。内温は 120℃まで昇進した。留去し た水は11.9℃であった。

次に反応載をエバポレーターに移放し、外温 を85℃に設定した。続いて真空ポンプで 8 mm/g まで観圧し、トルエンを留去した。研究時間は 2 時間であった。

密会後得られた反応物、ポリ (フェニレンピスメチレン) ポリ (フェニル (ジメテル (2 -エチルヘキサノイルオキシ) メチル) アルジミン) (ALD-5) は288gであった。

また符られた反応物の赤外吸収スペクトルを 御定した結果、1650cm⁻¹に-N=CH-の特性 吸収スペクトルを認めた。

このALD~5のアミン当量は0.237 当量/(100g)であり、金温にて特色資料であった。 (超気硬化性ポリウレタン組成物に関する実施

实施例 6

例)

機称機、組度形、額下ロート及び、水分分離 器を装着した反応容器に、4,4'-[1,3]

ーフェニレンビス((ーメチルエチリヂン)) ビスアニリン1728(1.0 高量)、頻酸 0.2cc及 びトルエン1728を装入し窒素気施下で室過にて 促合した。

10分後、満下ロートよりトリメチルアセトアルデヒド108g(1.25当量)を30分間で滴下した。 内温が23℃から35℃まで弊塩した。

外選を 110℃に設定し、40分間で内温を 109 でまで昇降させた。昇温後30分間経過したとこ ろで水分分離器内に水の分離留出が認められた。

続いて、外温を 120℃に設定し、6 時間反応 を続けた。内温は 118℃まで昇温した。容会し た水は18.5gであった。

次に反応波をエパポレーターに移放し、外道 を85句に設定した。続いて、真空ポンプで9 nm Hgまで減圧し、トルエン及び来反応トリメチル アセトアルデヒドを留去した。新要時間は2 特 間であった。

留会後得られた反応物、4.4°-(1,3) -フェニレンピス(1-メチルエチリデン)) ーピス (フェニル (トリメチルメチル) アルジ ミン) (ALD-8) は245gであった。

また得られた反応物の赤外吸収スペクトルを 制定した結果、1650cm⁻¹に一N = CH - の特性 吸収スペクトルを認めた。(図 - 2 参照)

このALD-6のアミン商量(過塩素酸〜水 酢酸法)は0.417 質量/(100g)であり、宝温に て褐色個体であった。

次に、ALD-6の、トルエン60% 溶液 377g (0.942 均量)、ポリオキシテトラメチレングリコールとトリレンジイソシアナートとを反応して得られるイソシアナト基 東端プレポリマー(三井東圧化学準式会社製ハイブレンしー167 NCO% = 6.35) 893g (1.047 均量)、エテルヘキサン酸2gを、窒素気流下で混合して、温気硬化性ポリウレタン認成物を得た。

硬化性、貯藏安定性、機械強度の評価結果を、 出-4に示した。

通常の 2 液和熱硬化タイプ、開えばし-167 /メチレンピスオルソクロロアニリン(MOC

特開平2-283710(16)

A) に匹敵する強度を持っており、一般という 侵れた作業性を有し、全く発泡しないという特 、 数が認められた。

なお、硬化性は、JLS-A5758 (1986)の 8-10項により、タックフリーになるまでの時間を削定した。また内部硬化性は、ポリウレタン組成物を 8 mm 厚みのシート状に展延し、28℃、相対温度50%にで、10時間紅に脱型し、裏面まで硬化しているかどうか観察し、裏面硬化時間を測定した。

貯蔵安定性は、提気硬化性ポリウレタン組成物を一定期間密閉貯蔵した後、B型粘度計により粘度変化を御定した。

施工後、硬化したポリウレタン組成物の機械 強度はJIS-K6801により測定した。即ち、 施工後28℃、相対温度50%中に7日間数置し、 この試料を更に50℃中に7日間放置した時の、 100%、200%モデュラス、引張り殺さ及び伸びを測定した。

実施例?

留去後待られた反応物、4.4'-(1,3 -フェニレンピス(1-メデルエテリデン)) -ピス(フェニル (トリエテルメチル) アルジ ミン) (ALD-7) は280gであった。

また符られた反応物の余外吸収スペクトルを 別定した結果、1650cm-1に-N=CH-の特性 吸収スペクトルを認めた。

このALD-7のアミン当量(通復業験-氷 酢酸法)は 9.355当量/(180g)であり、室場に て褐色質体であった。

次に、A1D-?のトルエン60%溶液3768 (0.80当量)、ポリオキシテトラメチレングリコールとトリレンジイソシアナートとを反応して得られるイソシアナト基末端プレポリマー (三井東圧化学株式会社製しー167 NCO%=6.36) 583g(0.86当量)、2ーエチルヘキサン数4gを変素気調下で混合して、混気硬化性ポリウレタン組成物を得た。

硬化性、貯敷安定性、機械強度の評価結果を、 表-4に示した。 操体機、温度計、適下ロート及び、水分分額器を数数した反応容器に、4.4°-〔1.3-フェニレンピス(1-メチルエチリデン)〕 ピスアニリン172g(1.0 当星)、鉄酸 6.2cc及びトルエン172gを投入し、窒素気流下で室退に混合した。

10分後、滴下ロートよりトリエテルアセトアルデヒド160g(1.25当量)を80分間で滴下した。 内温が28℃から85℃まで葬留した。

外据を 110℃に設定し、40分間で内温を 100 でまで昇温させた。昇温後30分経過したところ で、水分分離器内に水の分離留出が認められた。 続いて、外温を 120℃に設定し、6時間反応 を続けた。内温は 118でまで昇温した。留ました水は17.5gであった。

次に反応液をエバボレーターに移載し、外温 を85℃に数定した。

続いて、真空ポンプで9mmigまで減圧し、トルエン及び未反応トリエチルアセトアルデヒドを留会した。所要時間は2時間であった。

通常の2 独加勢硬化タイプ、例えばしー 167 / MOCAに匹敵する強度を持っており、一故 という優れた作業性を有し、全く発泡しないと いう特徴が認められた。

物性測定は実施的6と同様にして行った。 実施例8

機枠機、温度針、液下ロート及び、水分分配 器を装着した反応容器に、4,4'-(1,3 ーフェニレンピス(1ーメデルエデリデン)】 ピスアニリン172g(1,8 当量)、鉄酸9,2cc及びトルエン172gを装入し、磁素気能下で塩塩に て混合した。

10分後、終下ロートより8-ヒドロキシー2. 2-ジメチルプロパナール1モルとを、フェニ ルイソンアネート1モルの付加して得られたア ルデヒド243g(1,1当量)を80分間で調下した。 内退が23℃から35℃まで昇退した。

外選を 110℃に設定し、40分間で内温を 109 でまで昇麗させた。昇温後30分経過したところ で水分分離器内に水の分離留出が認められた。

待期平2-283710(17)

続いて、外選を 120℃に設定し、6 時間反応 を続けた。内温は 118℃まで昇湿した。留去し な水は17.0gであった。

次に反応波をエパポレーターに移放し、外温 を85℃に設定した。続いて、真空ポンプで 9 om bgまで減症し、トルエンを審去した。所要時間 は 2 時間であった。

智去後得られた反応性、4、4°-(1、3 -フェニレンピス(1-メチルエチリデン)) -ピス(フェニル(ジメテル(フェニルアミノ カルボキンメチル) メテル) アルジミン) (A LD-8) は 410gであった。

また得られた反応物の参外吸収スペクトルを 例定した結果、1650cm^{*}/に~N=CH-特性吸 収スペクトルを認めた。

このALD-8のアミン当量(過塩素酸-氷 緑酸法)は 0.241当量/(100g)であり、室風に て緑色関係であった。

次にALD-8の、トルエン60%溶液409g(9. 591当量)、ポリオキシチトラメチレングリコ

10分後、滴下ロートより8-ヒドロキシー2. 2-ジメチルプロパナール1モルと2-エチル ヘキサン酸 | モルと宿合させて得られたアルデ ヒド268g(1,17終費)を30分間で解下した。内 退が23℃から35℃まで昇退した。

外温を 110℃に設定し、40分開で内温を 109 でまで昇退させた。 界温後30分経過したところ で永分分離器内に水の分離智出が認められた。

続いて、外選を 120℃に設定し、 8 時間反応 を続けた。内選は 118℃まで界退した。留去した水は12.5gであった。

次に反応液をエバポレーターに移液し、外盤 を85℃に設定した。

続いて、真空ボンブで 9 mailyまで減旺し、トルエンを留去した。所要時間は 2 時間であった。 智士後得られた授応的、 4 . 4 ' - (1, 3 - フェニレンビス (1 - メチルエチリデン)] - ビス (フェニル | ジメチル (2 - エチルヘキサノイルオキシ) メチル | アルジミン) (A L D - 9) は 420 gであった。

ールと、トリレンジイソシアネートとを反応して、得られるイソシアナト基末端プレポリマー (三寿東圧化学株式会社製 L-167 NC 0% = 6.35) 480g(0.650 当量)、2-エチルヘキ サン敵3 まを製薬気流下で混合して湿気硬化性 ポリウレタン組成物を得た。

硬化性、貯蔵安定性、機械強度の評価結果を、 表 4 に示した。

避常の2液加熱硬化タイプ、例えばも-167 /MOCAに匹敵する強度を持っており、一歳 という優れた作業性を有し、全く発泡しないという特徴が認められた。

特性測定は実施例 6 と同様にして行った。 表施例 9

機容機、温度計、滴下ロート及び、永分分類 器を装着した反応容器に、4,4'-(!,3 ーフェニレンピス(!-メチルエチリデン)] ピスアニリン172g(1,0当責)、銭酸0,2cc 及び トルエン172gを較入し、窒素気添下で室退にて 混合した。

また得られた反応物の赤外吸収スペクトルを 脚定した結果、1650cm⁻¹に-N=CH-特性吸収スペクトルを認めた。

このALD - 9のアミン当員(過度素酸 - 水酢酸法)(100g)であり、宝温にて褐色固体であった。

次にALD-9の、トルエン60%溶液406g (0.55g 当量)、ポリオキシテトラメチレング リコールと、トリレンジイソシアナートとを反応して、得られるイソシアナト基末端プレポリマー(三井東正化学株式会社製 L-167 NC 〇%×0.35)405g(0.61! 当量)、2~エチルヘキサン酸3gを、整索気流下で混合して混気 硬化性ポリウレタン組成物を得た。

硬化性、貯蔵安定性、機械強度の評価結果を、 表 - 4 に示した。

通常の2液加熱硬化タイプ、例えばし-167 /MOCAに匹敵する強度を持っており、一波 という優れた作業性を育し、全く発泡しないと いう特徴が認められた。

特朗平2-283710 (18)

物性耐定は実施例 6 と同様にして行った。 比較例 1

80℃にて、予熱しておいたハイブレンし-167 を100g金属性ビーカーに計り取り、15分離真生 反ねした。

次に、 120℃にて溶解したメチレンピスオル ソクロロアニリン (MOCA) を19.5g納え、 抱を混入させずに60秒覆準能入した。

続いて、値ちに 108℃に予熱された 8 mm厚みのモールドに混合統を注入した。注入後 100℃にて84時間硬化し、硬化後、モールドより脱型し、シート状の成形物を得た。本成形物の機能 強度の評価結果を表-4に示した。

表-4

			実	18. (9)		比較例
		8	1	8	9	t
恕	プレポリマー ハイブレンしー(67 (当量数)	698 (1.047)	\$83 (8.88)	430 (0, 55)	498 (0.611)	260 (0, 151)
£	ALD=6 トルエン60米容板 (歯量数)	877 (0, 942)				
処	ALD-7 トルエン80%溢液 (当量数)		376 (0.89)			
Ħ	ALD-8 トルエン60%溶液 (当量数)			499 (0,591)		
<u>\$</u>	ALD-9 トルエン60米部技 (当面数)				406 (0.556)	
_	2ーエチルヘキサン数	2	4	3	a	
	メチレンピスオルソクロロアニリン (出 量数)					19. 5 (0. 146)
	硬化条件	23°C, 50967	78%+	0°C, 50%RH	7日間	100 °C 844111
張	タックフリータイム (分)	90	119	150	170	ボットライフ8分
硬 化性	内部硬化料理 (時間)	20~30	20~-30	20~-90	20~-30	
弦	25C14880430C (PS/25C)	280	219	195	190	2次年会タイプ
凝性	50°C148 BEESE (PS/25°C)	410	250	305	295	ANDER 77
Œ.	100 %仲長もデュラス(14/02)	191	188	153	152	127
配化物物性	200 %仲長モデュラス(20/02)	320	810	285	270	175
性	3 現り強さ (Kg/cm²)	290	360	410	350	400
,	(地)	410	420	420	400	400

特間平2-283710 (19)

实施例10

表-3に示した、ALD-2を47g(6,274 当量)、トリメチロールプロパン付加物(三井 東圧化学製、オレスターP-45-76S、NCO 合有量11.8%)180g(0,304 当量)、トルエン 18gを現合し、密控して、50℃にで!ヶ月開貯 載したが変化は認められなかった。

貯蔵袋ガラス校上に、0.5mm の厚みで塗布し、 相対温度50%、25℃の雰囲気にて放産したところ、60分で表面が硬化し、鉛筆硬度日の益膜が 得られた。

表-8に示した、ALD-1を31g(0.186

実為例11

当社)、トルエンタイソシアナートとポリオキシナトラメチャングリコールとの付加物(三井東庇化学製、ハイブレンと「167、NOC会育量6,35%)100g(0,151当重)、ジブチルフタレート35g、2-エチルヘキサン酸0.88を配合し、労役して、50℃にで1ヶ月間貯蔵したが孵化は認められなかった。

ル (分子量3000)1802gと 100℃で10時間反応させた。 末端N C O 毎は 1,9重量%、 射度は41,000cps/25℃であった。

チクソ剤・・・・日本アエロジル社製造館監査 子続水性シリカはR-872

尚、物性制定は実施例 8 と同様にして行った。 3リッターのプラネタリーミキサーにジオク テルフタレート380g、炭酸カルシウム400g、酸 化チタン99g、無水磁酸アルミ75g、新探安定 剤(イルガノックス1010) 8 g を装入し、常識 にて15分浸繰し、続いて、100℃にて選嫌しつ つ真空にて脱水操作を1 時間行った。

次にプレポリマー446g(0.2018 当量)、ポリアルジミン誘導体ALDー5の60% キシレン窓 液124g(0.1816当量) 校入し、常温にて15分配 なした。

更にテクソ材R - 972 を130g、キシレンを17 5g装入し、真空中にて常温で10分間線し本発明 の選気硬化性ポリウレタンコーキング材を得た。 このコーキング材のタックフリータイムは表 呼歌後ガラス桜上に、0.5mm の厚みで後布し、 相対温度50%、25℃の雰囲気にて放棄したとこ ろ、80分で表頭が硬化した。

硬化した達膜の機体強度はJIS-K6801により翻定した。 全布級23℃、相対速度50%中に7日間放産し、この試料を更に50℃中に7日間放産した時の100%、200%モデュラス、引張り張さ及び伸びを測定した。

100%モデュラス!15Kg/d、200%モデュラス210 Kg/d、引張り強き350 Kg/d、 体び280 気となり、発泡も全く認められず、防 飲用塗料としての性能を保持していた。

赛施例12

実施例には次の原料を使用した。 ポリアルジミン誘導外・・・・表-3に示した ALD-5を使用した。 プレポリマー・・・・イソシアナートとして2. 4ートリレンジイソシアナート598gを変用し、 これをポリオキシプロピレングリコール(分子

量2000)2600g、ポリオキシブロビレントリオー

-5に示す如く、過常市販されている高級度車 両限シーリング材、コーキング材に比較して超 く、硬化性は改良された。

また、表 - 6に示す如く硬度、強度ともにす され、50℃で14日間密閉貯蔵後の作業性は良好 であり、施工した後の硬化物には発泡はまった く超められなかった。さらに硬化温度が80℃と いう高い温度においても発泡はまったく認めら れなかった。

実施例13

3リッターのプラネタリーミキサーにジオクチルフタレート380g、炭酸カルシウム400g、カオリンクレー75g、酸化チタン89g、耐候安定剤(イルガノックス1010)8gを装入し、常温にて15分泌練し、終いて、100℃にて起練しつつ、真空にて脱水操作を1時間行った。

次にプレポリマー445g(0.2018当量)、ポリアルジミン樹脂ALD- 8 の60%キシレン溶液 131g(0.1818当量)を装入し、常温にて15分混 稼した。

特閉平2~283710 (20)

更にテクン制 R - 972 を130g、中シレンを18 6g 接入し、真空中にて常温で10分隔棋し、本発 明の超気硬化性ポリウレタンコーキング材を得 た。

このコーキング材のタックフリータイムは表 - 5 に示す知く、通常市販されている高速度単 周用シーリング材、コーキング材に比較して短 く、硬化性は改良された。

また、海ー6に示す如く硬度、強健ともにすぐれ、50℃で14日間密閉貯蔵後の作業性は良好であり、施工した後の硬化物には発泡はまったく認められなかった。

さらに硬化温度が80℃という高い温度においても強泡はまったく認められなかった。

比較例 2

突能例12あるいは13においてポリアルジミン 誘導体を使用しなかった以外、実施例12あるい は13と同様に処理した。結果は第一5に示すよ うに、硬化が邪常に遅くなった。また表ー6に 添すように、施工した後の硫化物は発泡が生じ

表一5 (配合は 8 数を示す)

E e	* :	哭 拣 例				
	1,2	1 3	Ę			
以数カルシウム	400	100	476			
政化チタン	93	25	99			
療水鉄量アルミ	75					
カオリンクレー		75				
DOP	380	980	880			
プレポリマー	445	445	445			
(出盘数)	(0. 2018)	(0.2018)				
アエロジルR 972	130	130	130			
キシシン	175	180	175			
イルガノックス1010	8	8	8			
ALD-E、60%キシレン熔液	124	1				
(启量数)	(0, 1816)					
ALD~6,60% キシレン経費		181				
(当量数)		(0, 1816)				
タックフリータイム	2 5	8 0	200KT			
内部硬化佐(時間)	10~20	19~20	20% E			

たため、機械的物性は劣っていた。

表- 6

		类组	实施例		
		12	13	Σ	
貯農安定性					
此人度(1811mm)					
製造飲徒	2 5	420 <	420 <	420 <	
	5 #	420 <	420 <	120 <	
50℃×14世 选	2 20	250	280	290	
	5 20	330	300	360	
硬化後の物性					
モジュラス (kg/c	[ניום				
100%伸展	i	10.5	11.5	1.5	
200% 体展		20, 2	22, 4	5, 5	
引張り強き(kg/c	m *)	81	32	30	
伸び(%)	ĺ	310	880	850	
発 約 伏 無		無		打	

特開平2-283710 (21)

(巫狐観化性ポリウレタン筋水材の炭絶例及び 比較例)

実施例14

実施例には、次の原料を使用した。

ポリアルジミン誘導体・・・・表ー3に示した ALD~1を使用した。

プレボリマー・・・インシアナートとして2. 4ートリレンジインシアナート598gを使用し、 これをポリオキシブロビレングリコール (分子 成2000)2600g、ポリオキシプロピレントリオー ル (分子最3000)1802gとi00 でで10時間反応さ せた。宋塚NCO該は 1.9電量%、粘度は41.0 00 cps/25でであった。

沈降防止刻・・・・日本アユロジル社製造組数 位子疎水佐シリカコR-972

物性測定は実施例 8 と間様にして行い、引張 り強さ及び伸びを到定した。

3リッターのプラネクリーミャサーにジオク チルフタレート220g、炭酸カルシウム610g、酸 化チタン60g、2-エチルヘキサン酸10g、耐

3リッターのプラネタリーミキサーにジオクチルフタレート220g、炭酸カルシウム0i0g、酸化チタン80g、2-エチルヘキサン酸 5.0g、耐候安定剤(イルガノックス1810)12gを袋人し、常温にで15分品線し、続いて10g ℃にて温線しつつ、真空にて脱水操作を1時間行った。

次にプレポリマー649g(0.298当量)、ポリアルジミン誘導体A L D = 6の60%トルエン溶放106g(0.266当量)を強入し、常温にて15分退線した。

更にチクソ科アエロジルR-972 を15g、トルエンを160g袋入し、真空中にて常温で10分 経練し、本発明の温気硬化性ポリウレタン組成物を得た。

この組織物のタックフリータイムは短く、硬化性は良好であった。

また、表一?に示す如く、硬化物の硬度、独 度ともにすぐれ、50℃で14日間密閉貯蔵後の作 楽性も良好であり、施工した後の硬化物には発 泡はまったく認められなかった。 検安定解 (イルガノックス1010) 12g を装入し、 常温にで15分返練し、続いて、 100℃にて飛越 しつつ、真空にて脱水操作を | 時間行った。次 にプレポリマー849g(0,293当量)、ポリアルグ ミン誘導体ALD - 1の60%トルエン海液100g (0,246当量)を装入し、常祖にで15分退線した。

更にチクソ剤アエロジルR-972 を15g、トルエンを160g額入む、真空中にて常温で10分配 様し本発明の退気硬化性ポリウレタン防水材を得た。

この防水材のタックフリータイムは塩ー 7 に 示す如く、通常作気されている一波型ポリウレ タン防水材に比較して短く、硬化性は改良され た。

また、数~1に示す如く変質、強度ともにすぐれ、50℃で14日間空閉庁敗後の作業性は良好であり、施工した後の硬化物には発泡はまったく認められなかった。

実整例16

また、本組成物は、一液硬化タイプ保材とし ての性能を保持していた。

比較例 3

実施例14でポリアルジミン結構体を使用しなかった以外は実施例14と同様に処理した。結果は表一でに示すように硬化が非常に遅くなり、施工した銃の硬化は発泡が生じたため機械的物性は劣っていた。

後間平2-283710 (22)

表-7

Γ		実 施 例		迷	蚊剑
		14	15	3	4
配 合 処 方(8)	炭酸カルシウム 酸化チタン 2-エチルヘキサン酸 DOP プレポリマー アエロジルR972 インガノックス1010 ALD-1のトルエン69%溶液 ALD-8のトルエン69%溶液 ALD-10のトルエン69%溶液	610 60 10 220 649(0, 283) 15 180 12 100(0, 284) () 彼は当 進 教を示す	610 60 5 220 649(0, 233) 15 160 12 108(0, 236)	610 60 320 718 20 80 12	610 60 10 220 649(0, 293) 15 160 12
貯藏安	28°C 14日後 硬化性 タックフリータイム (分) 特度 (PS/25°C) 特性 100 %仲長セデュラス(Es/cs²) ・ 引取り強さ (Es/cs²) ・ 仲ぴ (労) 発電状態	100 29,0 12,5 35,1 410	80 22.0 8.6 43.2 780 ##	>300 85.0 4.2 23.8 1160 71	120 25.0 17,4 32,4 280
定·性	50°C 14日後 硬化性 タックフリータイム (分) 粘度 (PS/25°C) 特性 100 米神景モデュラス(fg/cm²) う(残り油さ (fg/cm²) 伸び (%)	160 42.6 10.2 23.6 410 無	80 8 C S 72 S 788	>\$60 45.0 8.9 27.2 1200	239 97, 9 11. 3 24. 4 230 #

比較例 4

実施例まにおいて、芳香族ポリアミンとして、 三弁東圧化学(株)製ポリメリックメチレンジ アニリン (MDA-150) を使用し、同様にし て得たポリアルジミン鉄導体(ALDーIS、ア ミン低298) をトルエンにて放好し、ALD-10のトルエン60%溶液とした。

次に、実施例14において、ポリアルジミン糖 薄体として、ALD-10のトルエン60%溶放を 83g使用し、同様にして、塩気硬化性ポリウレ タン防水剤を得た。

この防水剤の高温貯蔵後の性能、即ち硬化性、 枯度、 100%作長モジュラスの各々の変化は表 - 7に示す如く大きく、貯蔵安定性は著しく劣 っていた。・

(発明の効果)

本発明による温気硬化性ポリウレタン組成物 は、長期貯蔵にずぐれている。この組成物に目 的に応じて、チクソ性付与剤、充填剤その他を 混合して作ったコーキングは、シーリング材、

敷材、防水材、床材、捡料も又、保存安定性、 存業性にすぐれており、モジュラスが高く、後 れた機械強度を有し、施工した際、空気中の温 度により急速に硬化させることが出来る。

4. 図面の簡単な説明

図−1及び図−2は木発明のポリアルシミン 勝線体の赤外吸収スペクトル図の例である。

舒用平2-283710 (23)



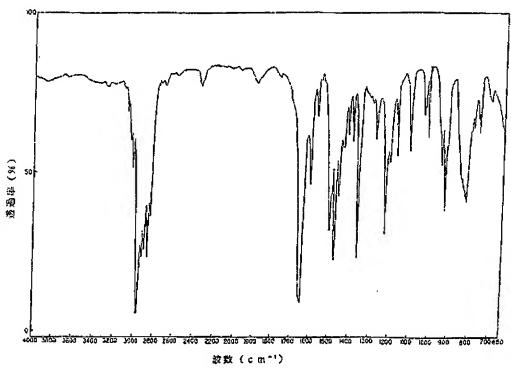
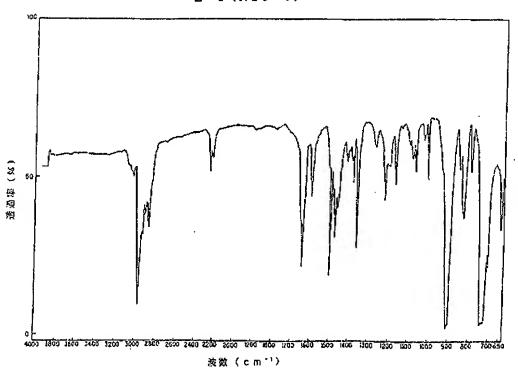


图-2 (ALD-6)



-143-